



Docket No. VKSW-1

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent application of:  
WASSERSCHEID. et al.

§  
§  
§  
§  
§

Serial No.: 10/798,796  
Filed: 03/18/2004

Group Art Unit: 1621  
Examiner: N/A

For: Ionic Liquids

Mail Stop Missing Parts  
Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

CERTIFICATE OF MAILING

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Mail Stop: Missing Parts, Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on August 24, 2004.

Rick Matos  
Typed or printed name of person mailing paper

[Signature]  
Signature of person mailing paper

Sir:

SUBMITTAL OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Applicants hereby submit a certified copy of German Patent Application Serial No. DE 101 45 747.2 filed September 17, 2001, from which the instant application claims the benefit of priority, and a true and complete English translation thereof. As noted in the attached form PCT/IB/308, a copy of the priority PCT Patent Application Serial No. PCT/EP02/10206 has already been submitted to the Patent Office.

In view of all the foregoing, Applicants respectfully submit that all of the formal statutory requirements have been met and request an updated Official Filing Receipt indicating the same.

Respectfully submitted,

Date: 8/24/04  
Innovar, L.L.C.  
P.O. Box 250647  
Plano, TX 75025-0647  
Ph.: 972-747-7373  
Fax: 972-747-7375

[Signature]  
Rick Matos  
Registration No. 40,082  
Agent for Applicant  
Email: [innovarllc@shcglobal.net](mailto:innovarllc@shcglobal.net)

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 101 45 747.2

**Anmeldetag:** 17. September 2001

**Anmelder/Inhaber:** Solvent Innovation GmbH, 50679 Köln/DE

**Bezeichnung:** Ionische Flüssigkeiten

**IPC:** C 07 D, C 07 C, C 07 F

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 29. März 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Bunke'.

**CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT**

Stanschus

## Ionische Flüssigkeiten

Diese Erfindung bezieht sich auf neuartige ionische Flüssigkeiten der generellen Formel [Kation] [R'-SO<sub>4</sub>] wobei R' eine verzweigte oder lineare, gesättigte oder ungesättigte, aliphatische oder alicyclische, funktionalisierte oder unfunktionalisierte Kohlenwasserstoffketten mit 3-36 Kohlenstoffatomen darstellt. Diese neuartigen ionischen Flüssigkeiten können z. B. als Lösungsmittel bzw. Lösungsmittelzusätze in chemischen Reaktionen, als Extraktionsmittel oder als Wärmeträger verwendet werden.

### Technischer Zusammenhang der Erfindung

Unter ionischen Flüssigkeiten versteht man allgemein Salze oder Gemische aus Salzen, deren Schmelzpunkte unterhalb 100°C liegen (P. Wasserscheid, W. Keim, *Angew. Chem.* **2001**, 112, 3926). Literaturbekannte Salze dieser Art bestehen aus Anionen wie z. B. Halogenostannaten, Halogenoaluminaten, Hexafluorophosphaten oder Tetrafluoroboraten kombiniert mit substituierten Ammonium-, Phosphonium, Pyridinium- oder Imidazolium-Kationen. Mehrere Veröffentlichungen beschreiben bereits die Verwendung ionischer Flüssigkeiten als Lösungsmittel für chemische Reaktionen (T. Welton, *Chem. Rev.* **1999**, 99, 2071, P. Wasserscheid, W. Keim, *Angew. Chem.*, **2000**, 112, 3926). Beispielsweise wurden Hydrierungen von Olefinen mit Rhodium(I) (P. A. Z. Suarez, J. E. L. Dullius, S. Einloft, R. F. de Souza und J. Dupont, *Polyhedron* 15/7, **1996**, 1217-1219), Ruthenium(II) und Cobalt(II) komplexen (P. A. Z. Suarez, J. E. L. Dullius, S. Einloft, R. F. de Souza und J. Dupont, *Inorganica Chimica Acta* 255, **1997**, 207-209) in ionischen Flüssigkeiten mit Tetrafluoroborat-Anion erfolgreich durchgeführt. Auch die Hydroformylierung von funktionalisierten und unfunktionalisierten Olefinen gelingt mit Rhodium-Katalysatoren in ionischen Flüssigkeiten mit schwach koordinierenden Anionen (z. B. PF<sub>6</sub><sup>-</sup>,

$\text{BF}_4^-$ ) (Y. Chauvin, L. Mussmann, H. Olivier, *European Patent, EP 776880*, **1997**; Y. Chauvin, L. Mussmann, H. Olivier, *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **1995**, 34, 2698; W. Keim, D. Vogt, H. Waffenschmidt, P. Wasserscheid, *J. of Cat.*, **1999**, 186, 481).

- 5 Weitere wichtige Einsatzfelder ionischer Flüssigkeiten liegen in ihrer Verwendung als Extraktionsmittel zur Stofftrennung (J. G. Huddleston, H. D. Willauer, R. P. Swatloski, A. E. Visser, R. D. Rogers, *Chem. Commun.* **1998**, 1765-1766; b) A. E. Visser, R. P. Swatlowksi, R. D. Rogers, *Green Chemistry* **2000**, 2(1), 1-4) und in ihrer Verwendung als Wärmeträger (M. L. Mutch, J. S. Wilkes, *Proceedings of the Eleventh International Symposium on Molten Salts*, P. C. Trulove, H. C. De Long, G. R. Stafford and S. Deki (Hrsg.), *Proceedings Volume 98-11*, The Electrochemical Society, Inc, Pennington, NJ; 1998, S. 254).

## 15 Hintergrund und Problemstellung

Auch wenn die Definition für ionische Flüssigkeit auch solche Salze einschließt, deren Schmelzpunkte zwischen Raumtemperatur und 100°C liegen, so ist es doch für viele Anwendungen erforderlich oder  
wünschenswert, daß die ionischen Flüssigkeiten bereits bei Temperaturen unterhalb von Raumtemperatur flüssig sind.

Zahlreiche Beispiele für solche ionischen Flüssigkeiten sind bekannt, allerdings besitzen diese Systeme in der Regel Halogenidionen wie  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  oder  $\text{I}^-$  oder solche Anionen, die Halogenatome enthalten. Typische  
Vertreter der letztgenannten Anionen sind – ohne Anspruch auf  
Vollständigkeit –  $[\text{BF}_4]^-$ ,  $[\text{PF}_6]^-$ ,  $[\text{CF}_3\text{COO}]^-$ ,  $[\text{CF}_3\text{SO}_3]^-$ ,  $[(\text{CF}_3\text{SO}_2)_2\text{N}]^-$ ,  $[\text{AlCl}_4]^-$ ,  $[\text{Al}_2\text{Cl}_7]^-$  oder  $[\text{SnCl}_3]^-$ . Die Verwendung solcher Halogenatom-  
haltigen Anionen hat gravierende Einschränkungen für die Anwendbarkeit der entsprechenden ionischen Flüssigkeit zur Folge: a) Die Verwendung  
dieser Anionen führt zu erheblichen Kosten, da selbst die Alkalisalze dieser Ionen bereits sehr teuer sind; b) Hydrolyseprodukte der Halogenatom-

haltigen Anionen führen zu erheblicher Korrosion in Stahl- und z. T. auch Glasreaktoren; c) Die thermische Entsorgung einer „verbrauchten“ ionischen Flüssigkeit mit Halogenatom-haltigen Anionen verursacht in der Regel Korrosions- und Umweltprobleme und ist daher kostspielig. Die  
 5 Entsorgung über den Abbau in einer biologischen Kläranlage wird ebenfalls durch die Anwesenheit von Halogenatom-haltigen Anionen erschwert.

Generell sind daher Halogenatom-freie ionische Flüssigkeiten von besonderem technischem Interesse, die folgende fünf Eigenschaften kombinieren:

- 10 a) Schmelzpunkt bzw. Glaspunkt von unter 25 °C;
- b) hydrolysestabil in neutraler wässriger Lösung (pH = 7) bis 80 °C;
- c) thermisch zu entsorgen, ohne Bildung problematischer Verbrennungsgase
- d) in biologischen Kläranlage abbaubar.
- 15 e) Anion als Alkalisalz kommerziell kostengünstig erhältlich.

Unter den nach dem Stand der Technik bekannten Halogenatom-freien ionischen Flüssigkeiten gibt es bisher keine Vertreter, der dieses komplexe technische Anforderungsprofil erfüllen kann. So sind Nitrat-, Nitrit-, Sulfat (J. S. Wilkes, M. J. Zaworotko, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* **1992**, 965) und Benzolsulfonatschmelzen (H. Waffenschmidt, Dissertation, RWTH Aachen 2000) zwar bekannt, diese ionischen Flüssigkeiten besitzen aber  
 20 Schmelzpunkte über Raumtemperatur. Hydrogensulfate und Hydrogenphosphate reagieren in wässriger Lösung unter Abspaltung eines oder mehrerer Protonen und bilden saure wässrige Lösungen. Methylsulfat und Ethylsulfatschmelzen zeigen bereits nach 1h bei 80°C in wässriger  
 25 Lösung deutliche Hydrolyse unter Bildung von Hydrogensulfatanionen und dem entsprechenden Alkohol (siehe auch Vergleichsbeispiele 1 und 2).

## Unsere Erfindung als Problemlösung

Unsere Erfindung beruht auf der überraschenden Feststellung, daß ionische Flüssigkeiten, die aus einer Kombination eines geeigneten organischen Kations – wobei Imidazolium-, Pyridinium-, Phosphonium- oder Ammoniumkationen besonders geeignete Beispiele sind - mit Anionen der allgemeinen Formel  $[R-SO_4]$  bestehen – wobei R ein linearer oder verzweigter, gesättigter oder ungesättigter, aliphatischer oder alicyclischer, funktionalisierter oder unfunktionalisierter Alkylrest mit 3-36 Kohlenstoffatomen darstellt – sich genau durch die bereits erwähnte, hochinteressante und technisch relevante Eigenschaftskombination auszeichnen: Die neuartigen ionischen Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung weisen zum einen Schmelzpunkte bzw. Glaspunkte von unter 25 °C auf, sie sind ferner hydrolysestabil in neutraler wäßriger Lösung (pH = 7) bis 80 °C. Außerdem sind die ionischen Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung unproblematisch thermisch zu entsorgen, da bei ihrer Verbrennung lediglich  $CO_2$ ,  $H_2O$  und  $SO_2$  gebildet wird. Ein weiterer wesentlicher Vorteil der neuartigen ionischen Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung stellt die Tatsache dar, daß viele Alkalisalze der allgemeinen Formel [Alkalikation]  $[R-SO_4]$  - wobei R ein linearer oder verzweigter, funktionalisierter oder unfunktionalisierter, gesättigter oder ungesättigter, aliphatischer oder alicyclischer Alkylrest mit 3-36 Kohlenstoffatomen darstellt – technisch leicht verfügbare Rohstoffe für Waschmittel und für Produkte im Bereich der Kosmetik und Reinigungsmittel sind. Daraus resultiert ein außerordentlich guter Kenntnisstand über die toxikologischen Eigenschaften und das biologische Abbauverhalten der Anionkomponente  $[R-SO_4]$ . Daraus folgt, daß die Entsorgung der in technischen Anwendungen „verbrauchten“ ionischen Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung in biologischen Kläranlagen unproblematisch vollzogen werden kann.

Die technisch hochinteressante Kombination dieser fünf Eigenschaften zeichnet die neuartigen ionischen Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung als

ideale Lösungsmitteln bzw. Lösungsmittelzusätze für stoichiometrische oder katalytische chemische Umsetzungen sowie für ihre Anwendungen als Extraktionsmittel und als Wärmeträger aus.

Besonders bevorzugt lassen sich auch solche ionische Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung herstellen und verwenden, die Gemische von unterschiedlichen Anionen der allgemeinen Formel  $[R\text{SO}_4]$  enthalten - wobei R ein linearer oder verzweigter, gesättigter oder ungesättigter, aliphatischer oder alicyclischer, funktionalisierter oder unfunktionalisierter Alkylrest mit 3-36 Kohlenstoffatomen darstellt. Diese Systeme lassen sich leicht aus den Gemischen der entsprechenden Alkalisalze erhalten, die technisch verfügbar sind.

Explizit erwähnt seien folgende neuartige ionische Flüssigkeiten gemäß dieser Erfindung sowie ihre Gemische:

15

1-Ethyl-3-methylimidazolium butylsulfat  
 1-Ethyl-3-methylimidazolium octylsulfat  
 1-Ethyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat  
 1-Ethyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat

20

1-Butyl-3-methylimidazolium butylsulfat  
 1-Butyl-3-methylimidazolium octylsulfat  
 1-Butyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat  
 1-Butyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat  
 1-Hexyl-3-methylimidazolium butylsulfat

25

1-Hexyl-3-methylimidazolium octylsulfat  
 1-Hexyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat  
 1-Hexyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat  
 1-Octyl-3-methylimidazolium butylsulfat  
 1-Octyl-3-methylimidazolium octylsulfat

30

1-Octyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat  
 1-Octyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat  
 1-Decyl-3-methylimidazolium butylsulfat

1-Decyl-3-methylimidazolium octylsulfat

1-Decyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat

1-Decyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat

1-Dodecyl-3-methylimidazolium butylsulfat

5 1-Dodecyl-3-methylimidazolium octylsulfat

1-Dodecyl-3-methylimidazolium 2-ethylhexylsulfat

1-Dodecyl-3-methylimidazolium dodecylsulfat

1-Dodecyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborat

1-Butyl-pyridinium butylsulfat

10 1-Butyl-pyridinium octylsulfat

1-Butyl-pyridinium 2-ethylhexylsulfat

 1-Butyl-pyridinium dodecylsulfat

Trimethyldecylammonium butylsulfat

Trimethyldecylammonium octylsulfat

15 Trimethyldecylammonium 2-ethylhexylsulfat

Trimethyldecylammonium dodecylsulfat

Trioctylmethylammonium butylsulfat

Trioctylmethylammonium octylsulfat

Trioctylmethylammonium 2-ethylhexylsulfat

20 Trioctylmethylammonium dodecylsulfat

Trimethyldecylammonium butylsulfat

 Trimethyldecylammonium octylsulfat

Trihexyltetradecylphosphonium butylsulfat

Trihexyltetradecylphosphonium octylsulfat

25 Trihexyltetradecylphosphonium 2-ethylhexylsulfat

Trihexyltetradecylphosphonium dodecylsulfat



## Beispiele

### Beispiel 1: 1,3-Dimethylimidazoliumoctylsulfat ([MMIM] [OcSO<sub>4</sub>])

Synthese:

5 Zu einer Lösung von 47.18 g (355.8 mmol) 1,3-Dimethylimidazoliumchlorid ([MMIM] Cl) in 400 ml absolutiertem Methylenchlorid werden 95.00 g (355.8 mmol min.) Natriumoctylsulfat (technische Qualität; Gehalt  $\geq 87\%$ ) in kleinen Portionen gegeben. Der Ansatz wird 40 Stunden unter Schutzgas gerührt. Der Feststoff wird  
 10 abfiltriert und mit Methylenchlorid gewaschen. Einengen der organischen Phasen und Trocknen im Hochvakuum liefert 87.55 g [MMIM] [OcSO<sub>4</sub>] (285.7 mmol; 80% der theoretischen Ausbeute) in Form einer gelblichen Flüssigkeit.

15 NMR:

<sup>1</sup>H-NMR (300 MHz, d<sup>6</sup>-DMSO):  $\delta$  = 8.87 (s, 1H, N-CH-N), 7.45, 7.44 (je ein s, je 1H, N-CH), 3.87 (mult., 8H, N-CH<sub>3</sub>, S-O-CH<sub>2</sub>-), 1.57 (mult., 2H, S-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.29 (k.B., 10H, S-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-), 0.89 (t, J=6.6 Hz, 3H, -CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>) ppm.

20 <sup>13</sup>C-NMR (75 MHz, d<sup>6</sup>-DMSO):  $\delta$  = 136.7, 122.8, 116.8, 35.1, 30.9, 28.7, 28.4, 25.1, 21.7, 12.8 ppm.

Viskosität:

Das Produkt zeigt Strukturviskosität. Die Viskosität ist stark abhängig von  
 25 den Meßbedingungen.

### Beispiel 2: 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliumoctylsulfat ([BMIM][OcSO<sub>4</sub>])

#### Darstellung:

5 In 200 ml heißem Wasser werden 84.55 g (0.484 mol) 1-Butyl-3-methylimidazoliumchlorid (BMIM Cl) und 101.1 g (0.379 mol min.) Natriumoctylsulfat (technische Qualität; Gehalt  $\geq 87\%$ ) gelöst. Das Wasser wird im Vakuum langsam entfernt. Der entstandene Feststoff wird nach Lösen des Ansatzes in Methylenchlorid abfiltriert. Das Filtrat wird mit  
10 Wasser gewaschen bis die wäßrige Phase farblos und chloridfrei ist. Die organische Phase wird über Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> getrocknet. Einengen und Trocknen im Hochvakuum liefert 111.0 g (0.319 mmol; 73% der theoretischen Ausbeute bezogen auf Natriumoctylsulfat) einer öligen, gelben Flüssigkeit.

#### 15 NMR

1H-NMR (300 MHz, d<sup>6</sup>-DMSO):  $\delta$  = 9.16 (s, 1H, N-CH-N), 7.80, 7.72 (je s, je 1H, N-CH), 4.18 (t, 3J=7.1 Hz, 2H, N-CH<sub>2</sub>-), 3.86 (s, 3H, N-CH<sub>3</sub>), 3.71 (t, <sup>3</sup>J=6.6 Hz, 2H, S-O-CH<sub>2</sub>), 3.71 (p, 3J=7.3 Hz, 2H, N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.47 (k.B., 2H, N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.22 (mult., 12H, S-O-CH<sub>2</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-), 0.81-  
20 0.90 (je tr, je 3H, -CH<sub>3</sub>) ppm.

13C-NMR (75 MHz, d<sup>6</sup>-DMSO):  $\delta$  = 136.9, 123.9, 122.6, 66.0, 55.2, 48.8, 36.0, 31.8, 31.6, 29.4, 29.1, 25.9, 22.4, 19.1, 14.2, 13.5 ppm.

#### Viskosität

25  $\eta(20^\circ\text{C})=711 \text{ cP}$

### Beispiel 3: 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliumlaurylsulfat ([BMIM][C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>SO<sub>4</sub>])

30

#### Synthese:

In 50 ml heißem Wasser werden 15.30 g (87.6 mmol) 1-*n*-Butyl-3-

methylimidazoliumchlorid (BMIM Cl) und 26.60 g (87.6 mmol min.) Natriumlaurylsulfat (technische Qualität, Gehalt 95-99%) gelöst. Das Wasser wird im Vakuum langsam entfernt. Der entstandene Feststoff wird nach Versetzen des Ansatzes mit Methylenchlorid abfiltriert. Das Filtrat wird mit Wasser gewaschen bis die wäßrige Phase farblos und chloridfrei ist. Die organische Phase wird über  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  getrocknet. Einengen und Trocknen im Hochvakuum liefert 33.40 g Produkt (82.5 mmol; 94% der theoretischen Ausbeute bezogen auf BMIM Cl), das als weißer beigefarbener, wachsartiger Feststoff anfällt.

10

Schmelzpunkt: 44 - 45°C

NMR:

$^1\text{H}$ -NMR (300 MHz,  $\text{CD}_3\text{CN}$ ):  $\delta$  = 8.76 (s, 1H, N-CH-N), 7.43, 7.40 (zwei s, je 1H, N-CH<sub>3</sub>), 4.17 (t, J=7.3 Hz, 2H, N-CH<sub>2</sub>), 3.87 (s, 3H, N-CH<sub>3</sub>), 3.83 (t, J=6.6 Hz, 2H, S-O-CH<sub>2</sub>-), 1.84 (mult, 2H, N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.58 (mult., 2H, S-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.40-1.25 (mult., 20H, S-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>9</sub>-; N-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-), 1.00-0.85 (t, je 3H, -CH<sub>3</sub>) ppm.

$^{13}\text{C}$ -NMR (75 MHz,  $\text{CD}_3\text{CN}$ ):  $\delta$  = 136.2, 123.3, 121.9, 65.9, 48.9-48.7, 35.4, 31.3, 29.1-28.7, 25.5, 22.1, 18.6, 13.1, 12.4 ppm.

## Hydrolyseversuche

### Beispiel 4: Hydrolyseversuch mit 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliumoctylsulfat ([BMIM] [C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>SO<sub>4</sub>])

5 g der ionischen Flüssigkeit 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliumoctylsulfat ([BMIM] [C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>SO<sub>4</sub>]) werden mit 5 ml Wasser versetzt und auf 80 °C erhitzt. Im Abstand von 10 min werden Proben aus der Reaktionslösung genommen und pH-Messungen durchgeführt. Auch nach 2h bei 80°C ist die Reaktionslösung pH-neutral, was darauf schließen läßt, daß unter diesen Reaktionsbedingungen keine hydrolytische Zersetzung der ionischen Flüssigkeit auftritt.

**Vergleichsbeispiel 1: Hydrolyseversuch mit 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliummethysulfat ([BMIM] [CH<sub>3</sub>SO<sub>4</sub>])**

- 5 g der ionischen Flüssigkeit 1-*n*-Butyl-3-methylimidazoliummethysulfat ([BMIM] [CH<sub>3</sub>SO<sub>4</sub>]) werden mit 5 ml Wasser versetzt und auf 80 °C erhitzt. Im Abstand von 10 min werden Proben aus der Reaktionslösung genommen und pH-Messungen durchgeführt. Bereits ab der ersten Messung zeigt ein rasches Absinken des pH-Werts bis auf pH 1-2. Dies läßt darauf schließen, daß unter diesen Reaktionsbedingungen eine hydrolytische Zersetzung der ionischen Flüssigkeit auftritt. Dabei wird Methanol und das saure Hydrogensulfatanion freigesetzt.

**Vergleichsbeispiel 2: Hydrolyseversuch mit 1-Ethyl-3-methylimidazoliummethysulfat ([EMIM] [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SO<sub>4</sub>])**

- 5 g der ionischen Flüssigkeit 1-Ethyl-3-methylimidazoliummethysulfat ([EMIM] [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SO<sub>4</sub>]) werden mit 5 ml Wasser versetzt und auf 80 °C erhitzt. Im Abstand von 10 min werden Proben aus der Reaktionslösung genommen und pH-Messungen durchgeführt. Bereits ab der ersten Messung zeigt ein rasches Absinken des pH-Werts bis auf pH 1-2. Dies läßt darauf schließen, daß unter diesen Reaktionsbedingungen eine hydrolytische Zersetzung der ionischen Flüssigkeit auftritt. Dabei wird Ethanol und das saure Hydrogensulfatanion freigesetzt.

## Ansprüche

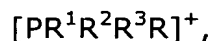
Beansprucht wird

1. eine ionische Flüssigkeit der generellen Formel [Kation] [R'-SO<sub>4</sub>],  
wobei R' eine lineare oder verzweigte, gesättigte oder ungesättigte,  
aliphatische oder alicyclische, unfunktionalisierte oder mit einer oder  
mehreren Gruppen X funktionalisierte Alkylgruppe mit 3-36  
Kohlenstoffatomen darstellt und X eine  
-OH, -OR'', -COOH, -COOR'', -NH<sub>2</sub>, -SO<sub>4</sub>, -F, -Cl, -Br, -I oder -CN -  
Gruppe ist, wobei R'' eine verzweigte oder lineare  
Kohlenwasserstoffkette mit 1-12 Kohlenstoffatomen repräsentiert.
2. eine ionische Flüssigkeit gemäß Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet,  
daß das verwendete [Kation] ein

- quaternäres Ammonium-Kation der allgemeinen Formel



- Phosphonium-Kation der allgemeinen Formel



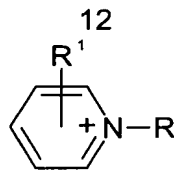
- Imidazolium-Kation der allgemeinen Formel



darstellt,

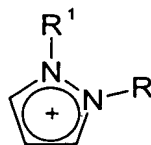
wobei der Imidazol-Kern substituiert sein kann mit wenigstens einer Gruppe, die ausgewählt ist aus C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Aminoalkyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl- oder C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppen,

- Pyridinium-Kationen der allgemeinen Formel



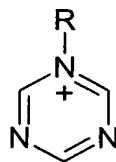
wobei der Pyridin-Kern substituiert sein kann mit wenigstens einer Gruppe, die ausgewählt ist aus C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Aminoalkyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl- oder C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppen,

- 5 - Pyrazolium-Kationen der allgemeinen Formel



wobei der Pyrazol-Kern substituiert sein kann mit wenigstens einer Gruppe, die ausgewählt ist aus C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Aminoalkyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl- oder C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppen,

- 10 - und Triazolium-Kationen der allgemeinen Formel



wobei der Triazol-Kern substituiert sein kann mit wenigstens einer Gruppe, die ausgewählt ist aus C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Aminoalkyl-, C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl- oder C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>-Aryl-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppen, darstellt und die Reste R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> unabhängig voneinander ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus

- Wasserstoff;
- linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen oder alicyclischen Alkylgruppen mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen;
- Heteroaryl-, Heteroaryl-C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppen mit 3 bis 8 Kohlenstoffatomen im Heteroaryl-Rest und wenigstens einem Heteroatom ausgewählt aus N, O und S, der mit wenigstens einer

Gruppe ausgewählt aus  $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen und/oder Halogenatomen substituiert sein können;

- 5 - Aryl-, Aryl- $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen im Arylrest, die gegebenenfalls mit wenigstens einer  $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen und/oder einem Halogenatomen substituiert sein können;

und der Rest R ausgewählt ist aus

- 10 - linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten, aliphatischen oder alicyclischen Alkylgruppen mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen;

- Heteroaryl- $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen mit 3 bis 8 Kohlenstoffatomen im Arylrest und wenigstens einem Heteroatom ausgewählt aus N, O und S, die mit wenigstens einer  $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen und/oder Halogenatomen substituiert sein können;

- 15 - Aryl- $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppen mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen im Arylrest, die gegebenenfalls mit wenigstens einer  $C_1$ - $C_6$ -Alkylgruppe und/oder einem Halogenenatomen substituiert sein können.

3. eine ionische Flüssigkeiten gemäß Ansprüchen 1 und 2 dadurch gezeichnet, daß die ionische Flüssigkeit ein Anion der Summenformel  $[C_4H_9SO_4]$  trägt.

20

4. eine ionische Flüssigkeiten gemäß Ansprüchen 1 und 2 dadurch gezeichnet, daß die ionische Flüssigkeit ein Anion der Summenformel  $[C_8H_{17}SO_4]$  trägt.

25

5. eine ionische Flüssigkeiten gemäß Ansprüchen 1 und 2 dadurch gezeichnet, daß die ionische Flüssigkeit ein Anion der Summenformel  $[C_{12}H_{25}SO_4]$  trägt.

6. eine chemische Reaktion, in der als Lösungsmittel, Lösungsmittelzusatz oder Phasentransfer-Katalysator eine ionische Flüssigkeit benutzt wird, die durch die Ansprüche 1-5 definiert wird.

7. eine chemische Reaktion gemäß Anspruch 6, die dadurch gekennzeichnet ist, daß es sich bei der Reaktion um eine Übergangsmetall-katalysierte Reaktion handelt.
- 5 8. eine chemische Reaktion gemäß der Ansprüche 6 und 7, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Reaktion einer Gruppe von Reaktionen angehört, die Hydroformylierungsreaktionen, Oligomerisierungsreaktionen, Veresterungen, Isomerisierungsreaktionen und Reaktionen zur Amidbindungsknüpfung umfasst.
- 10 9. eine chemische Reaktion gemäß Anspruch 6, die dadurch gekennzeichnet ist, daß es sich bei der Reaktion um eine Reaktion handelt, die durch ein Enzym oder durch einen anderen Biokatalysator katalysiert wird.
- 15 10. eine chemische Reaktion gemäß der Ansprüche 6 und 9, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Reaktion einer Gruppe von Reaktionen angehört, die Oligomerisierungsreaktionen und andere C-C-Bindungsknüpfungsreaktionen, Veresterungen, Isomerisierungsreaktionen und Reaktionen zur Amidbindungsknüpfung umfasst.
- 20 11. ein Stofftrennverfahren, das als Lösungsmittel oder Lösungsmittelzusatz eine ionische Flüssigkeit benutzt, die durch die Ansprüche 1-5 definiert wird.
12. eine Apparatur zum Wärmeaustausch, in der als Wärmeträger oder Wärmeträgerzusatz eine ionische Flüssigkeit benutzt wird, die durch die Ansprüche 1-5 definiert wird.
- 25 13. die Verwendung einer ionischen Flüssigkeit gemäß Ansprüchen 1-5 als Lösungsmittel.
14. die Verwendung einer ionischen Flüssigkeit gemäß Ansprüchen 1-5 als Lösungsmittelzusatz.
- 30 15. die Verwendung einer ionischen Flüssigkeit gemäß Ansprüchen 1-5 als Phasentransferkatalysator.



16. die Verwendung einer ionischen Flüssigkeit gemäß Ansprüchen 1-5 als Extraktionsmittel.
17. die Verwendung einer ionischen Flüssigkeit gemäß Ansprüchen 1-5 als Wärmeträger.

**Zusammenfassung**

Diese Erfindung bezieht sich auf neuartige ionische Flüssigkeiten der generellen Formel [Kation] [R'-SO<sub>4</sub>] wobei R' eine verzweigte oder lineare, gesättigte oder ungesättigte, aliphatische oder alicyclische, funktionalisierte oder unfunktionalisierte Kohlenwasserstoffketten mit 3-36 Kohlenstoffatomen darstellt. Diese neuartigen ionischen Flüssigkeiten können z. B. als Lösungsmittel bzw. Lösungsmittelzusätze in chemischen Reaktionen, als Extraktionsmittel oder als Wärmeträger verwendet werden.